

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-40683

(43)公開日 平成9年(1997)2月10日

(51)Int.Cl.⁶
C 07 F 7/28
C 23 C 16/40

識別記号 庁内整理番号

F I
C 07 F 7/28
C 23 C 16/40

技術表示箇所

F

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全8頁)

(21)出願番号 特願平7-194875

(22)出願日 平成7年(1995)7月31日

(71)出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社
東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72)発明者 内田 寛人
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社総合研究所内

(72)発明者 斎 篤
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社総合研究所内

(72)発明者 若林 和夫
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 重野 剛

最終頁に続く

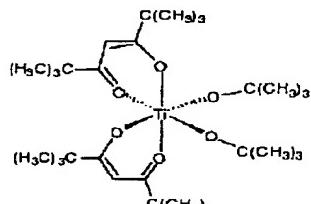
(54)【発明の名称】 高純度T i錯体及びその製造方法並びにB S T膜形成用液体組成物

(57)【要約】

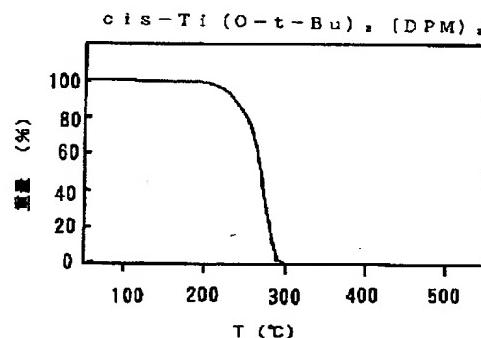
【課題】 熱分解温度が高く、高純度なT i錯体を提供する。

【解決手段】 c i s - T i (O - t - B u)₂ (DPM)₂ : T i (O - t - B u)₄ の有機溶媒溶液にH D PMを加えて加熱還流して c i s - T i (O - t - B u)₂ (DPM)₂ 結晶を得る。この高純度T i錯体とBa (DPM)₂ 及び／又はSr (DPM)₂ と有機溶媒に溶解したB S T膜形成用液体組成物。

【化4】



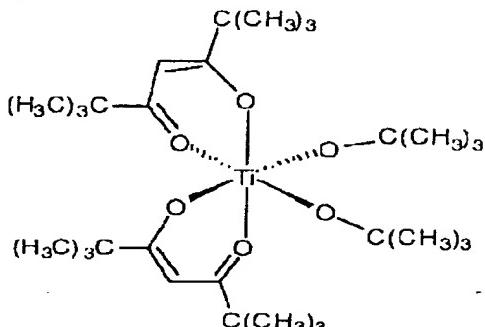
【効果】 CVD法により、段差被覆性が良好で、高純度で電気特性に優れたT i O膜を成膜できる。溶液供給法により、所望の膜組成のB S T膜を成膜できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記構造式(I)で表される高純度Ti錯体。

【化1】



【請求項2】 請求項1において、OH基の含有量が0.1重量%以下、塩素含有量が5ppm以下であることを特徴とする高純度Ti錯体。

【請求項3】 テトラターシャリーブトキシチタンを有機溶剤に溶解した後、ジピバロイルメタンを加えて、100℃以上で加熱還流して残留水分やOH基を共沸により除去すると共に濃縮し、結晶を得ることを特徴とする請求項1に記載の高純度Ti錯体の製造方法。

【請求項4】 請求項3の方法において、得られた結晶を非プロトン性溶媒で精製することを特徴とする高純度Ti錯体。

【請求項5】 請求項1又は2の高純度Ti錯体とビス(ジピバロイルメタノ)バリウム錯体(Ba(DPM)₂)及び/又はビス(ジピバロイルメタノ)ストロンチウム錯体(Sr(DPM)₂)とを、有機溶媒に溶解してなるBST膜形成用液体組成物。

【請求項6】 請求項5において、有機溶媒がピリジン、ルチジン及びテトラヒドロフランよりなる群から選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とするBST膜形成用液体組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、誘電体膜、半導体膜、光学薄膜、表面強化膜、薄膜触媒等として有用なTiを含む金属酸化物薄膜を、化学気相析出法(CVD法)にて形成するための原料として好適な高純度Ti錯体及びその製造方法並びにBST膜形成用液体組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、チタン酸ストロンチウム、チタン酸バリウムストロンチウム(BST)、チタン酸ジルコン酸鉛等のTi含有誘電体薄膜形成用のCVD原料として、各種金属アルコキシド化合物やTiDPM(本明細書において、「DPM」はジピバロイルメタン:(CH₃)₃-C-CO-CH₂-CO-C-(CH₃)₃を示す。)錯体が、Ba、Sr、Zr等のアルコキシド化合物やDPM錯体と共に用いられている。

【0003】これらのCVD原料のうち、TiDPM錯体については、特開平5-271253号公報に「高純度チタン錯体及びその製造方法」として、Ti(R1)₂(R2)₂(R1はアセチルアセトン、3,5-ヘプタンジオン、ジピバロイルメタン等のβ-ジケトン、R2はメトキシ、エトキシ、イソプロポキシ(以下「O-i-Pr」と記す。)、ノルマルブロボキシ、ノルマルブトキシ等のアルコキシ基)と、これを製造する方法が開示されている。なお、この特開平5-271253号公報に具体的な実施例として挙げられているTiDPM錯体は、Ti(O-i-Pr)₂(DPM)₂のみである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】CVD法によるBST膜形成用原料として、Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂と共に、Ti(O-i-Pr)₂(DPM)₂を用いた場合、Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂の熱分解温度350~410℃に対して、Ti(O-i-Pr)₂(DPM)₂の熱分解温度が270℃(255~290℃)と低いために、成膜時に気相でのTi(O-i-Pr)₂(DPM)₂の分解反応が進み易く、気相分解種の基板への吸着確率が増大する。このため、表面に凹凸がある基板に対する成膜時の段差被覆性が悪化するという欠点がある。

【0005】アルコキシ基にノルマルブトキシ基(O-n-Bu)を導入したTi(O-n-Bu)₂(DPM)₂も知られているが、この材料の熱分解温度は280℃(260~310℃)と多少の向上がみられているだけで、熱CVD法による凹凸基板上への成膜時の段差被覆性の向上は見られていない。

【0006】更に、熱安定性の良い材料としてTiCl₂(DPM)₂(熱分解温度330℃(320~340℃))も知られているが、このものは、分子中に塩素イオン(Cl⁻)を含んでいたために、BST膜形成用原料として用いた場合、この塩素が不純物として膜中に取り込まれてしまうという問題がある。

【0007】また、複合組成の金属酸化物膜の形成に当たり、CVD原料の供給方法として、原料となる金属化合物を有機溶媒に溶解した溶液を気化器に液体状態で供給し、気化器で溶媒と共に加熱気化させ、ガスとしてCVD成膜室に供給する方法が知られているが、この方法において、従来のTi化合物、Ti(O-i-Pr)₂(DPM)₂、Ti(O-n-Bu)₂(DPM)₂は、溶液中でBa(DPM)₂、Sr(DPM)₂と反応し易く、分子量の大きな錯体を形成することにより、気化特性を劣化させる問題があった。また、この方法において、Ti化合物中に不純物としてOH基が含まれていると、Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂がOH基に対して非常に反応活性が高いため、OH基と反応して

配管、シャワーへッド等への分解物の析出量の増加を引き起こす上に、膜の組成コントロールが困難となるといった問題が生じる。

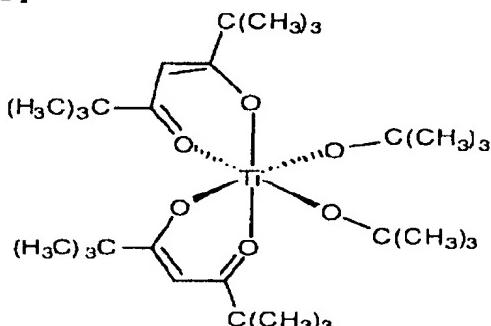
【0008】本発明は上記従来の問題点を解決し、著しく高純度であるため不純物による問題がなく、また、上記錯体形成による気化特性劣化の問題もなく、しかも、熱分解温度が高く、気相分解による段差被覆性の低下の問題もない高純度Ti錯体及びその製造方法、並びに、この高純度Ti錯体を用いたBST膜形成用液体組成物を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の高純度Ti錯体は、下記構造式(I)で表される高純度Ti錯体である。

【0010】

【化2】



【0011】上記構造式(I)で表されるcis-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂は、熱分解温度が315℃(300~340℃)と、従来のTi(O-i-Pr)₂(DPM)₂やTi(O-n-Bu)₂(DPM)₂よりも高く、Ba(DPM)₂やSr(DPM)₂とほぼ同等の熱分解温度である。従って、気相分解種の基板への吸着が低減され、段差被覆性が良好となる。

【0012】しかも、cis-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂はOH基含有量0.1重量%以下、塩素含有量5ppm以下の高純度に精製可能であるため、不純物汚染の問題もなく、高純度なTi酸化物薄膜を形成することができる。

【0013】また、cis-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂は、Ti(O-i-Pr)₂(DPM)₂やTi(O-n-Bu)₂(DPM)₂に比べて嵩高いアルコキシ基(O-t-Bu)を有するため、溶液中のBa(DPM)₂、Sr(DPM)₂との反応が抑えられることにより、Ti化合物とBa, Sr化合物との反応で分子量の大きな錯体を形成し気化特性が劣化する等の問題も解決される。

【0014】このような本発明の高純度Ti錯体は、テトラターシャリーブトキシチタンを有機溶剤に溶解した後、ジピバロイルメタンを加えて、100℃以上で加熱還流して残留水分やOH基を共沸により除去すると共に濃縮し、結晶を得る、本発明の高純度Ti錯体の製造方

法により容易に製造することができる。

【0015】また、この方法において、得られた結晶を非プロトン性溶媒で精製することにより、高純度Ti錯体のOH基や残留塩素等の不純物含有量を著しく低いものとすることができます。

【0016】本発明のBST膜形成用液体組成物は、このような本発明の高純度Ti錯体とビス(ジピバロイルメタノ)バリウム錯体(Ba(DPM)₂)及び/又はビス(ジピバロイルメタノ)ストロンチウム錯体(Sr(DPM)₂)と、有機溶媒に溶解してなるものである。

【0017】この本発明のBST膜形成用液体組成物にあっては、Ti原料として用いる高純度Ti錯体が、OH基含有量が著しく低い、非常に高純度なものである上に、前述の錯体形成の問題もないため、Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂のような、OH基に対して反応活性な原料との組み合わせにおいて、気化特性を損なうことなく、従って、気化器内部での残留物の増加、ガス配管、シャワーへッド等への分解物の析出量の増加等の問題を引き起こすことなく、所望の組成のBST膜を効率的に成膜することができる。

【0018】本発明のBST膜形成用液体組成物において、有機溶媒としては、ピリジン、ルチジン及びテトラヒドロフランよりなる群から選ばれる1種又は2種以上が好適である。

【0019】

【発明の実施の形態】本発明の高純度Ti錯体は、後掲の実施例1の分析結果から推定されるように、1個のTi原子に対して、2個のジピバロイルメタンのカルボニル基の酸素と、2個のターシャリーブトキシ基が、cis位で結合した構造を有するシス-(ビス(ジピバロイルメタノ)ジターシャリーブトキシ)チタン錯体cis-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂である。

【0020】この本発明の高純度Ti錯体を製造するには、まず、後掲の実施例1で示されるように、テトラターシャリーブトキシチタンTi(O-t-Bu)₄を発原料として用い、これをトルエン、キシレン、メシチレン等の芳香族炭化水素、或いは、ペンタン、ノルマルヘキサン等の脂肪族炭化水素等の有機溶媒に、1~70重量%濃度となるように溶解し、Ti(O-t-Bu)₄に対して2.0~2.5倍モル量のジピバロイルメタンHDPMを加え、用いた有機溶媒の沸点より10~50℃高いオイルバスの温度で100℃以上で加熱還流することにより、残留水分やOH基を共沸により除去すると共に、濃縮し、結晶を得る。

【0021】この結晶は、トルエン、キシレン、メシチレン等の非プロトン性無水有機溶媒を用いて、再結晶後、減圧下で溶媒を昇華させる精製を繰り返し行うことにより、OH基含有量0.1重量%以下で残留塩素含有量が5ppm以下の高純度cis-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂である。

u)₂ (DPM)₂を得ることができる。

【0022】本発明の高純度Ti錯体において、c i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂のOH基含有量が0.1重量%を超えると、Ba(DPM)₂やSr(DPM)₂等のOH基に対して反応活性の高い他の原料と共に複合金属酸化物膜形成用液体組成物とした場合、気化特性を劣化させ、気化器内部での残留物の増加、ガス配管、シャワーヘッド等への分解物の析出量の増加、膜組成のずれを引き起す。

【0023】また、残留塩素含有量が5 ppmを超えると、得られるTi酸化物膜の純度が損なわれる。

【0024】従って、本発明の高純度Ti錯体は、OH基の含有量が0.1重量%以下、塩素含有量が5 ppm以下であることが好ましい。

【0025】本発明のBST膜形成用液体組成物は、このような本発明の[TiO(DPM)₂]₂とBa(DPM)₂及び/又はSr(DPM)₂とを所望の膜組成となるように有機溶媒に溶解したものである。

【0026】ここで、有機溶媒としては、ピリジン、ルチジン及びテトラヒドロフラン(THF)よりなる群から選ばれる1種又は2種以上を用いるのが好ましく、

[TiO(DPM)₂]₂とBa(DPM)₂及び/又はSr(DPM)₂とは、このような有機溶媒に、その合計濃度が1~20重量%となるように溶解するのが好ましい。

【0027】本発明の高純度Ti錯体は、これをそのまま固体状態で常法に従ってCVD原料として用いることもでき、また、上述の如く、必要に応じて他の金属化合物と共に有機溶媒に溶解して従来と同様にしてCVD原料として用いることもできる。

【0028】

【実施例】

実施例1：高純度c i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂の合成

Ti(O-t-Bu)₄のトルエン溶液(30重量%濃度)にTi(O-t-Bu)₄に対して2倍モルのHDPMを加え、この溶液をオイルバスの温度130~150℃で加熱還流し、残留水分、OH基を共沸により除去した後、濃縮し、白色結晶を得た。この結晶をトルエンで再結晶した後、減圧下、190℃で昇華精製を行った。

【0029】得られた結晶の同定は、¹H-NMR(C₆D₆+d-THF)、質量分析、元素分析により行った。結果は下記の通りである。

【0030】¹H-NMR: δ: 1.1092 (9H, C(CH₃)₃, DPM), 1.2682 (9H, O C(CH₃)₃), 1.4056 (9H, C(CH₃)₃, DPM)

元素分析：(計算値) Ti=8.54%, C=64.27%, H=10.07%, O=7.12%, Cl=0%

(実測値) Ti=8.59%, C=64.21%, H=10.05%, O=17.15%, Cl<1 50

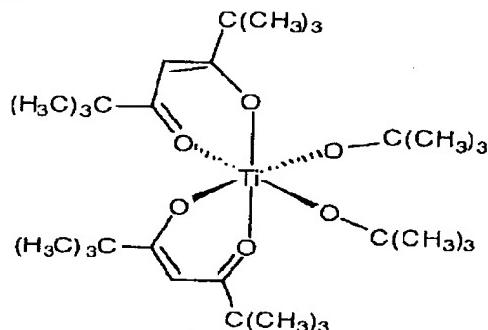
ppm

質量分析：図1に示す通り、M/Z560の分子イオンピークが確認されている。

【0031】以上の分析結果より、得られたc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂の構造式としては、下記の構造が推定される。

【0032】

【化3】



【0033】なお、得られたc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶の元素分析により、残留C1量は<1 ppmであり、また、IR分析によりOH基は<0.1重量%であることが確認された。

【0034】このc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶について、Ar気流下、昇温速度10℃/minでTG分析を行ったところ、図2に示す如く、このc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂は、175℃から気化を開始し、280℃で100%気化することが確認された。

【0035】また、このc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶をA1容器内に密封し、Ar気流下、昇温速度10℃/minでDTA分析を行ったところ、熱分解温度は、315℃(300~340℃)であることが確認された。

【0036】実施例2：CVD成膜試験

実施例1において、5 ppmから300 ppmの塩素を含むTi(O-t-Bu)₄を原料に用いることにより、それぞれの残留塩素量が各々4 ppm, 6 ppm, 50 ppm, 200 ppmのc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶を得、これらのc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶と実施例1で得られた残留塩素含有量が<1 ppmのc i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂結晶とをそれぞれTi原料として用いると共に、Ba(DPM)₂及びSr(DPM)₂を併用してCVD法により下記成膜条件でBST(Ba_{0.7}Sr_{0.3}Ti_{0.1})膜の成膜を行った。

【0037】成膜条件

CVD装置：基板加熱式CVD装置

反応ガス：O₂

キャリアガス：Ar

気化温度：

c i s-Ti(O-t-Bu)₂(DPM)₂=160

℃

 B_a (DPM)₂ = 200℃ S_r (DPM)₂ = 190℃

成膜圧力: 2.0 torr

基板: Pt/Ti電極

基板温度: 600℃

成膜厚さ: 1000 Å

得られた BST 膜上に各々 Au 電極を蒸着し、電気特性の評価を行い、結果を表1に示した。

【0038】

【表1】

| No. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 残留塩素量(ppm) | < 1 | 4 | 6 | 50 | 200 |
| 誘電率 | 225 | 220 | 185 | 176 | 171 |
| 誘電損失 | 0.01 | 0.01 | 0.07 | 0.07 | 0.07 |
| リーク電流(3V) | 5×10^{-8} | 8×10^{-8} | 8×10^{-7} | 6×10^{-7} | 3×10^{-7} |
| 備考 | 実施例 | | 比較例 | | |

【0039】実施例3: CVD段差被覆性試験

特開平5-271253号公報記載の $Ti(O-i-Pr)_2$ (DPM)₂ と、 $Ti(O-n-Bu)_2$ (DPM)₂ と、実施例1で製造した高純度 cis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂ とを用いて、図5に示す断面形状のトレンドチ基板1上に熱CVD法により下記の条件で各々 TiO_2 膜の成膜を行い、CVD-TiO₂ 膜2の膜厚aと膜厚bとの比a/b (a/bが1に近似しているほど、段差被覆性が良い。) で段差被覆性の評価を行い、結果を表2に示した。

【0040】成膜条件

気化温度:

 $cis-Ti(O-t-Bu)_2$ (DPM)₂ = 160℃ $Ti(O-i-Pr)_2$ (DPM)₂ = 140℃ $Ti(O-n-Bu)_2$ (DPM)₂ = 180℃

成膜圧力: 2.0 torr

基板温度: 600℃

また、 $Ti(O-i-Pr)_2$ (DPM)₂ 及び $Ti(O-n-Bu)_2$ (DPM)₂ について、それぞれ実施例1と同様にしてTG分析及びDTA分析を行って、結果を図3、4及び表2に示した。

【0041】

【表2】

| No. | Ti錯体 | 気化温度(℃) | 熱分解温度(℃) | 段差被覆性(a/b) | 備考 |
|-----|--|---------|------------------|------------|-----|
| 6 | cis-Ti(O-t-Bu) ₂ (DPM) ₂ | 175~280 | 315 (300~340) | 1.0 | 実施例 |
| 7 | Ti(O-i-Pr) ₂ (DPM) ₂ | 130~240 | 270 (255~290) | 1.2 | 比較例 |
| 8 | Ti(O-n-Bu) ₂ (DPM) ₂ | 180~310 | 280 (260~310) | 1.2 | |

【0042】実施例4: BST溶液の気化特性評価

実施例1において、溶媒にベンゼンを用い、100℃又80℃の温度で加熱、減圧濃縮することにより、OH基が0.2重量%、0.8重量%又は2重量%存在する cis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂ 結晶を各々40製造した。これらの cis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂ 結晶と、OH基の量が<0.1%の、実施例1で得られた高純度 cis-Ti(O-t-Bu)₂

(DPM)₂ とを、それぞれ B_a (DPM)₂ 、 S_r (DPM)₂ と共に表3に示す無水溶媒に、 $B_a : S_r : Ti = 0.5 : 0.5 : 1$ なる組成比(モル比)で溶解した溶液を減圧濃縮し、析出した固体の気化特性をAr下でTG分析して評価し、結果を表3に示した。

【0043】

【表3】

| No. | cis-Ti(O-t-Bu) ₂ (DPM) ₂ のOH基の量 (重量%) | 溶 媒 | 気化温度 (℃) | 気化率 (%) | 備考 |
|-----|---|------------------|-------------|------------|-------------|
| 9 | <0.1 | 無水THF | ~450 | >95 | 実 施 例 |
| 10 | <0.1 | 無水ルチジン | ~450 | >95 | |
| 11 | <0.1 | 無水ビリジン | ~450 | >95 | |
| 12 | <0.1 | 無水 (THF/ルチジン) | ~450 | >95 | |
| 13 | 0.2 | 無水THF | ~450 | 85 | 比較 例 |
| 14 | 0.8 | 無水THF | ~450 | 83 | |
| 15 | 2 | 無水THF | ~450 | 80 | |

※ THF : ルチジン = 50 : 50 (容積比)

【0044】実施例5：BST溶液の気化特性評価

実施例5において、OH基の量が<0.1%のcis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂と、Ti(O-n-Bu)₂ (DPM)₂とを用い、それぞれBa(DPM)₂及びSr(DPM)₂と共に無水溶媒にBs:S

r:Ti=0.7:0.3:1なる組成比(モル比)で溶解した溶液について同様にTG分析を行い、結果を表4に示した。

【0045】

【表4】

| No. | Ti化合物 | 溶 媒 | 気化温度 (℃) | 気化率 (%) | 備 考 |
|-----|--|------------------|-------------|------------|-----|
| 16 | cis-Ti(O-t-Bu) ₂ (DPM) ₂ | 無水 (THF/ルチジン) | ~600 | 100 | 実施例 |
| 17 | Ti(O-n-Bu) ₂ (DPM) ₂ | 無水ルチジン | ~600 | 80 | 比較例 |

※ THF : ルチジン = 50 : 50 (容積比)

【0046】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明の高純度Ti錯体は、熱分解温度が高く、OH基や残留塩素等の不純物含有量を著しく低減することができる上に、Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂等との錯体形成の問題もないことから、

① CVD成膜に当り、気相でのTi錯体の分解による気相分解種の基板への吸着が低減され、成膜時の段差被覆性が良好となる。

② 不純物汚染のない高純度で、電気特性に優れたTi酸化物膜を成膜できる。

③ Ba(DPM)₂、Sr(DPM)₂等の錯体化の問題がなく、また、OH基に対する反応活性の高い原料との組み合わせにおいて、これらの原料の気化特性を損なうことがなく、従って、気化器内部での残留物の増加、ガス配管、シャワーヘッド等への分解物の析出量の増加等を引き起こすことなく、膜組成を容易にコントロールして、所望の組成のTi含有金属複合酸化物膜を成膜できる。

【0047】といった効果が奏される。従って、本発明の高純度Ti錯体を、CVD法によるBST膜形成原料

等として用いることにより、1G以後に求められてい

る、微細で複雑な構造を有するメモリーデバイスの誘電

体薄膜を成膜することが可能となる。

【0048】請求項2の高純度Ti錯体によれば、上記効果を確実に得ることができる。

【0049】このような本発明の高純度Ti錯体は、本発明の高純度Ti錯体の製造方法により容易に製造される。

【0050】請求項4の方法によれば、不純物含有量が著しく少ない高純度Ti錯体を製造することができる。

【0051】請求項5のBST膜形成用液体組成物によれば、気化特性を損なわずに同一の有機溶媒にTi、Ba、Sr原料を溶解した溶液を調製することができ、この溶液を気化器に供給し、気化器で溶媒と共に加熱気化させ、ガスとしてCVD成膜室に供給するCVD原料供給方法に安定に適応できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で製造したcis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂結晶の質量分析結果を示すグラフである。

【図2】実施例1で製造したcis-Ti(O-t-Bu)₂ (DPM)₂結晶のTG分析結果を示すグラフである。

【図3】Ti(O-i-Pr)₂ (DPM)₂のTG分析結果を示すグラフである。

11

【図4】Ti₂(O-n-Bu)₂(DPM)₂のTG分析結果を示すグラフである。

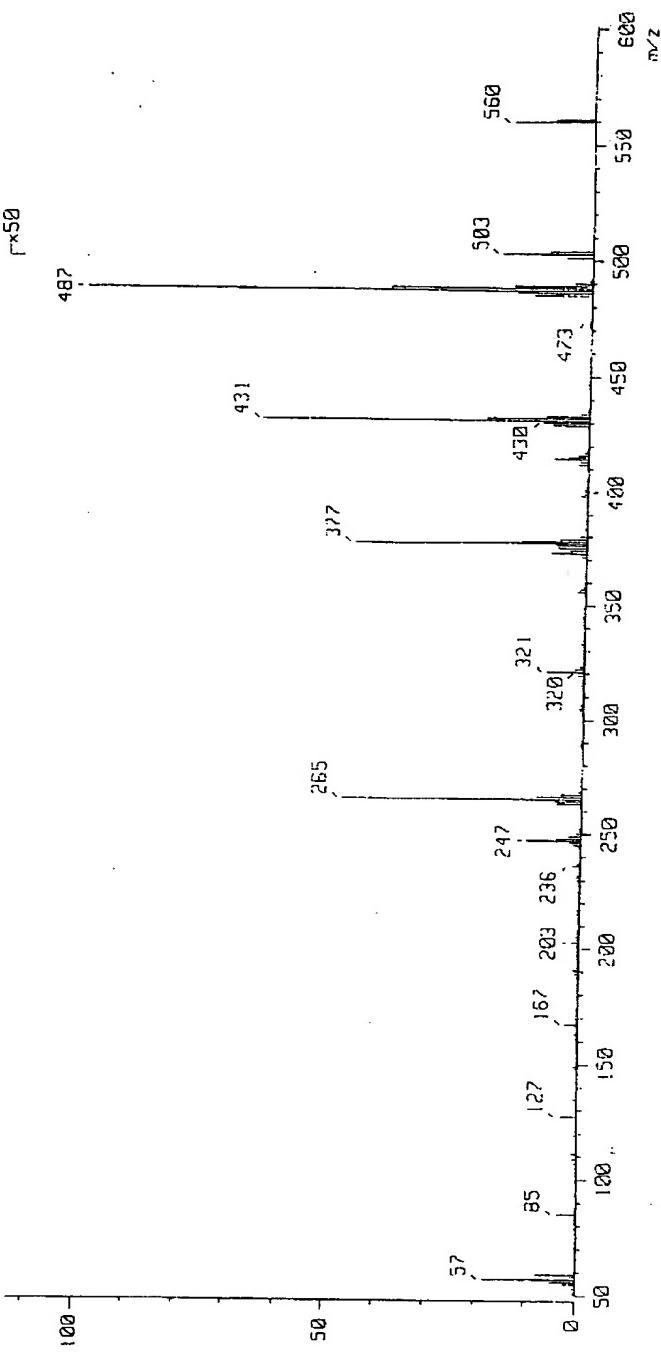
【図5】実施例3の段差被覆性評価方法を示す断面図である。

12

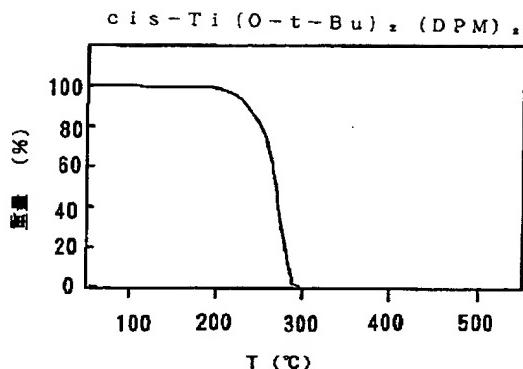
【符号の説明】

- 1 トレンチ基板
- 2 CVD-TiO₂膜

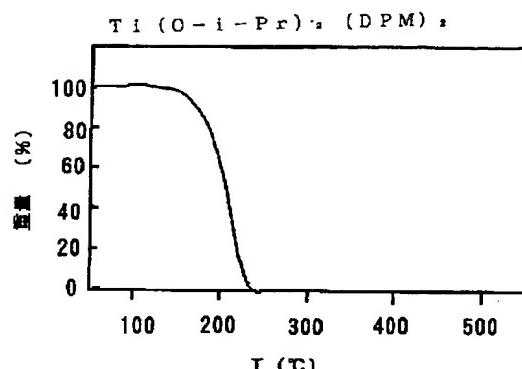
【図1】



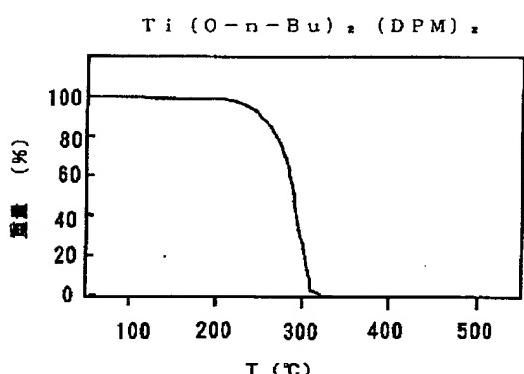
【図2】



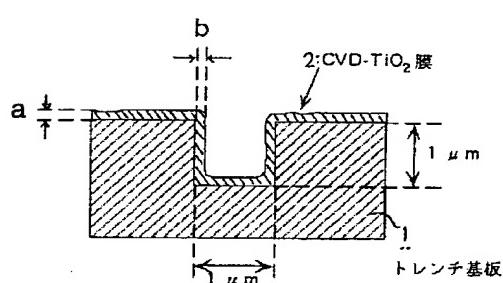
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72) 発明者 小木 勝実
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社総合研究所内

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-040683
 (43)Date of publication of application : 10.02.1997

(51)Int.Cl. C07F 7/28
 C23C 16/40

(21)Application number : 07-194875
 (22)Date of filing : 31.07.1995

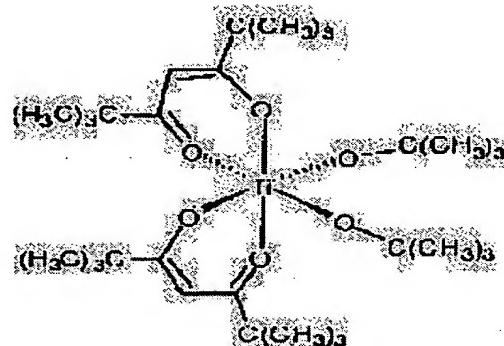
(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP
 (72)Inventor : UCHIDA HIROTO
 SAI ATSUSHI
 WAKABAYASHI KAZUO
 OGI KATSUMI

(54) HIGHLY PURE TITANIUM COMPLEX, ITS PRODUCTION AND LIQUID COMPOSITION FOR FORMING BST MEMBRANE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a highly pure titanium complex for producing a metal oxide thin film such as a dielectric film, a semiconductor film or an optical thin film by adding dipivaloylmethane to a solution of tetratert-butoxytitanium in an organic solvent and condensing the solution under refluxing at a high temperature.

SOLUTION: A new Ti complex of high purity having a structure expressed by the formula. The Ti complex is useful as a raw material for forming a metal oxide film containing Ti, which is useful as a dielectric film, a semiconductor film, an optical thin film, a surface-reinforcing film, a thin film catalyst, etc., by a chemical vapor deposition method(CVD method). The Ti complex is produced by dissolving tetratert-butoxytitanium in an organic solvent such as toluene, subsequently adding dipivaloylmethane to the solution and removing remaining water and OH groups by azeotropic distillation under refluxing at $\geq 1000^{\circ}\text{C}$ to condense the solution and to obtain crystals, and purifying the obtained crystals by using an aprotic solvent.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.01.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2822946

[Date of registration] 04.09.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PRINTED IN U.S.A. 100% RECYCLED